




PEELABLE ADHESIVE TAPE

Patent number: JP4351685
Publication date: 1992-12-07
Inventor: JIYON ANSONII MIRAA; JIYOOJI JIYOSEFU
KUREMENTSU
Applicant: MINNESOTA MINING & MFG
Classification:
- international: *A61F13/58; A61L15/58; C09J7/02; C09J7/04;
C09J153/00; B05B15/04; A61F13/56; A61L15/16;
C09J7/02; C09J7/04; C09J153/00; B05B15/04; (IPC1-
7): C09J7/02*
- european: *A61F13/58; A61L15/58; C09J7/02F2F; C09J7/04B6;
C09J153/00*
Application number: JP19910013407 19910204
Priority number(s): US19900483130 19900222

Also published as:

 EP0443263 (A:
 EP0443263 (A:
 EP0443263 (B

Report a data error he

Abstract not available for JP4351685

Abstract of corresponding document: **EP0443263**

An adhesive of certain elastomeric block copolymers and tackifying materials can be hot-melt coated on a flexible backing to provide an adhesive tape. The adhesive can be low-tack or tack-free. When the nov adhesive is tacky, it can bind sheets into a note pad from which individual sheets can be removed, temporarily adhered to paper and other substrates, and later cleanly removed, even after prolonged contact.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2992092号

(45) 発行日 平成11年(1999)12月20日

(24) 登録日 平成11年(1999)10月15日

(51) Int.Cl.⁸

C 0 9 J 7/02
7/04

識別記号

F I

C 0 9 J 7/02
7/04

Z

請求項の数 7 (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平3-13407

(22) 出願日 平成3年(1991)2月4日

(65) 公開番号 特開平4-351685

(43) 公開日 平成4年(1992)12月7日

審査請求日 平成9年(1997)12月11日

(31) 優先権主張番号 4 8 3 1 3 0

(32) 優先日 1990年2月22日

(33) 優先権主張国 米国 (U S)

(73) 特許権者 590000422

ミネソタ マイニング アンド マニュ
ファクチャリング カンパニー
アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
1000, セント ポール, スリーエム セ
ンター

(72) 発明者 ジョン アンソニー ミラー

アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
1000, セント ポール, スリーエム セ
ンター (番地なし)

(72) 発明者 ジョージ ジョセフ クレメンツ

アメリカ合衆国, ミネソタ 55144-
1000, セント ポール, スリーエム セ
ンター (番地なし)

(74) 代理人 弁理士 青木 朗 (外3名)

審査官 鈴木 恵理子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 再剥離接着性接着テープ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 スチレン/ブタジエン、スチレン/イソ
プレン、及びスチレン/エチレン-ブチレンのブロック
コポリマーから選ぶ少なくとも1つのエラストマー系ブ
ロックコポリマーの20~80重量部と、そして粘着付与剤
レジン、及び粘着付与剤レジンと液状可塑性油とのブレ
ンドから選ぶ粘着付与物質の相応じて80~20重量部と
からなる配合物を含む接着剤は、該接着剤がスチレン/イ
ソプレン又はスチレン/エチレン-ブチレンのブロック
コポリマーをベースとする場合複合中間ブロックガラス
転移温度(CMTg)は 220~240° Kであり、該接着剤がス
チレン/ブタジエンのブロックコポリマーをベースとす
る場合CMTgは 215~235° Kのものであり、フレキシ
ブル基材及び該接着剤の被膜を含んでなる再剥離接着性
接着剤を全面にわたってコーティングした基材。

【請求項2】 該基材のフレキシブル基材が紙である請
求項1記載の再剥離接着性接着剤をコーティングした基
材。

【請求項3】 該紙が一群のシートを含んでなり、各シ
ートが該接着剤のストライプを有し、これらのストライ
プでシートを束ねてタブレットとする請求項2記載の再
剥離接着性接着剤をコーティングした基材。

【請求項4】 該基材がラベルを含んでなる請求項1記
載の再剥離接着性接着剤をコーティングした基材。

【請求項5】 該CMTgが前記範囲の下限値の10° K以
内である請求項1記載の再剥離接着性基材。

【請求項6】 該接着剤がエラストマー系ブロックコ
ポリマーの20~45重量部を含んでなる請求項5記載の再
剥離接着性基材。

【請求項7】 該接着剤が粘着付与剤レジンと液状可
塑性

剤油の両方を含む請求項1記載の再剥離接着性基材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は実質的に粘着力増大のない低粘着性接着剤に関し、そして被着体に長期に接着させたあとでも再剥離接着性のあるテープを提供する。特定な関心は低粘着性感圧接着メモ用紙である。

【0002】

【従来の技術】ポストイット(Post-it:登録商標)メモ用紙は実質的に必要な事務用品となり、各シートは紙及び別の被着体に接着するに十分な粘着性があるが粘着力の増大を示さない感圧接着剤のストライプを有する。このシートをきれいに剥いでそして何回も粘着性を失うことなく再度貼付けることができる。これらの特性はシルバーによる米国特許第3,691,140号に開示されているように、紙基材上にコーティングした粘着性微小球の使用によって実現される。同様な低粘着性感圧接着剤は多くの別の目的、例えば掲示板又は普通の張り紙用コーティングとして用いられてきた。

【0003】ポストイット(登録商標)メモ用紙が広範な成功を収めたこと及び接着剤が比較的高価であることにより、同じ特性を提供できる一層簡単で経済的な配合物を製造するための努力がなされてきた。しかし、周知の感圧接着剤はいずれもいくつかの重要な点で欠点がある。すなわち強力に粘着性がありすぎたり又は所望の初期保持力に欠けたりあるいは徐々に粘着力が増大することであった。

【0004】ポストイット(登録商標)メモ用紙に用いられているものと類似の性質を提供するといわれる接着剤がシューマン他により米国特許第4,684,685号に記述されている。この特許における好ましい接着剤は、天然ゴムラテックスと水素化ロジン又はエステルガムのアニオン系水性分散液である粘着付与剤を含む。紙シートのような基材上にこの分散液を塗布したあと、いわゆる乾燥被膜は十分な粘着性がありこのコーティングした基材を固体接触面に手で押付けることによってこの接触面に接着させる。上記特許には、このコーティングした基材を同じ又は別の裏なし固体表面に更に8~10回再度貼付けることができると記述されている。

【0005】再剥離接着性メモ用紙用のような、再剥離接着性接着剤として用いるのに適した性質をそなえた代りの接着剤配合物を提供する試みがなされてきたが、これら代りの配合物を見出すことにいまだ大いに関心もたれている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、接着テープを作るための一般にフレキシブルの基材に塗布することができる低粘着性接着剤を提供する。これは感圧接着剤であり上記シルバーの特許の接着剤特性をもち、一方ホットメルト塗布ができ且つ比較的堅い感圧接着剤の微小

球の必要がなく又は溶剤塗布法の環境問題がないために一層経済的に製造することができる。

【0007】

【課題を解決するための手段】新規の接着剤は、スチレン/ブタジエン、スチレン/イソブレン、及びスチレン/エチレン-ブチレンのブロックコポリマーから選ぶ少なくとも1つのエラストマー系ブロックコポリマーの20~80重量部と、そして粘着付与剤レジン又はそのブレンド更に粘着付与剤レジンと液状可塑剤油とのブレンドから選ぶ粘着付与物質の相応じて80~20重量部とからなる配合物を含んでなり、この接着剤は溶剤の使用なしにホットメルト塗布をすることができ、そして接着剤がスチレン/イソブレン又はスチレン/エチレン-ブチレンのブロックコポリマーをベースとする場合複合中間ブロックのガラス転移温度(CMTg)は225~240°Kであり、接着剤がスチレン/ブタジエンのブロックコポリマーをベースとする場合CMTgは215~235°Kである。このCMTgは、エラストマー系ブロックコポリマーの中間ブロックのTg測定値とそれぞれの粘着付与レジン及び液状可塑剤油のTg測定値とからフォックス(Fox)の式を用いて計算することができる。パーキンエレマー(Perkin-Elmer)社製のDSC-7のような示差走査熱量計を使って各成分のTgを測定する。走査速度20°C/分を用いて2番目の加熱試験でTgを測定する。最初の加熱試験は試験物質の軟化点よりかなり上まで加熱し、次いでサンプルを物質のTgよりかなり低く急冷する。接着剤に加える酸化防止剤はCMTgの計算には入れない。フォックスの式は、

【数1】

$$\frac{\sum_i W_i}{CMTg} = \sum_i \frac{W_i}{Tg_i}$$

【式中、W_iは成分iの重量分率、Tg_iは成分iのガラス転移温度を表す】で表される。ブロックコポリマーの中間ブロック部分だけをCMTgの計算に含める。スチレン/イソブレンブロックコポリマーの場合、中間ブロック部分は分子のポリイソブレン部分である。

【0008】この新規な接着剤の粘着付与剤レジン又はそのブレンド、あるいは粘着付与剤レジンと液状可塑剤油とのブレンドは以下のものでよい。

固体粘着付与剤レジン、液状粘着付与剤レジン、固体粘着付与剤レジンと液状粘着付与剤レジンとのブレンド、固体粘着付与剤レジンと液状可塑剤油とのブレンド、そして固体粘着付与剤レジン、液状粘着付与剤レジン、及び液状可塑剤油とのブレンド

ブレンドが好ましいのは、単独粘着付与剤レジンを使う場合に比べて接着剤のレオロジー特性について一層の配合管理ができるからである。例えば、エラストマー系ブロックコポリマーの比率が上述の範囲のほぼ上限値(すなわち55~80部)であり、CMTgがほぼ上限値(すなわち10°K以内)である場合、新規な接着剤は剪断力に対し

て高い抵抗性をもち且つ低粘着性又は不粘着性である。このタイプの接着剤は自己粘着性接着剤としての使用に特に適している。低粘着性又は不粘着性であれば別の被着体に対してほとんど又はまったく粘着力はなく、一方接着剤が互にくっ付く場合はその剪断に対する高い抵抗性は再利用できる粘着クロージャー用として申し分のないものとなる。

【0009】一方、エラストマー系ブロックコポリマーの比率を上述の範囲のほぼ下限値（すなわち20～45部）及びCMTgをほぼ上限値とする場合、この新規な接着剤を幾分か粘着性として用いることができる。これらの接着剤は通常再剥離接着性接着テープとして用いることができるが、しかし長期にわたると粘着力の増大する傾向がある。しかし、これらの接着剤は依然として自己粘着性がありそして上述した特性を示す。

【0010】エラストマー系ブロックコポリマーの比率とCMTgの両方を比較的低下させる場合、別の被着体に対する粘着力の増大を最少にすることができる。このような接着剤はポストイット（登録商標）パッドに使われているようなメモ用紙の再剥離接着性テープとしての使用に特にすぐれている。しかし、これらのテープは一般にたとえ剪断抵抗特性が低いとはいいいながら依然として自己粘着性を示す。

【0011】全体的に、別の被着体に対する粘着力の増大が低いことは主としてCMTgに関係し、一方それ自身に対する粘着力の増大傾向は主としてポリマーのパーセント濃度の関数であると考えられる。しかし、これらの観察は単に通常見られる傾向であって、例えば自己粘着性テープ又は再剥離接着性テープ用の適当な接着剤を、本発明配合物内でそのようなテープを見つけるための最もありそうな領域外で見つけることもありうる。

【0012】上述の成分に加えて、感圧接着剤に通常用いている他の物質を少量、例えばヒンダードフェノール及びヒドロキノンのような酸化防止剤、カルバミン酸亜鉛のような熱安定剤、紫外線安定剤、充填剤、及び顔料を本発明の接着剤に組み入れることができる。このような追加物質はCMTgの計算からは除外できる。

【0013】溶剤を使用することなく高速で基材に塗布することによって本発明の接着剤を経済的にテープに加工することができる。またそうすることが一層都合があれば溶液から塗布することができる。基材によるが、接着剤の接着を促進するために基材の表面を処理することができる。得られたテープをストリップあるいは巾広シートにして市販することができ、又これらのテープは貯蔵、ハンドリング、及び応用のしやすさから通常フレキシブル基材を有する。例えば、この新規な接着剤を紙に塗布し、切断しそして積重ねて、タブレット又は上述のポストイット（登録商標）メモ用紙のような再剥離接着性シートからなるメモ用紙を作ることができる。このような用途では接着剤が幾分か粘着性であるのが好まし

く、そうすればメモ用紙のシートは紙及び別の被着体に一時的に接着しあとできれいにこのシートを剥ぐことができる。

【0014】この接着剤を再剥離接着性メモ用紙用のように幾分か粘着性にして用いるために、接着剤がスチレン/イソプレン又はスチレン/エチレン-ブチレンのブロックコポリマーをベースとして接着剤の45wt%までを含んでなる場合はCMTgを 220° K程度に低くすることができる。

【0015】この新規な接着剤が低粘着性又は不粘着性であるなしにかかわらず、この接着剤をつけたテープは、互に接着して剪断力に対しすぐれた抵抗性を有する結合を形成する顕著な能力をもっている。試験をしてみても室温で4ヵ月後であってもこの新規な接着剤をつけた2本のテープはその接着剤層できれいに分離する。更に同じテープは37°Cで2時間後でもきれいに分離する。しかし、再剥離接着性接着剤として使用するのに最も適した特性をもつ低粘着性接着剤は、上記周囲温度（すなわち37°C）でわずかにブロッキングをおこす傾向がある。

【0016】ラベル及びマスキングテープを貼付けることができる被着体からテープ及びマスキングテープをきれいに剥離できるようにするためにこの新規な接着剤を用いることができる。フレキシブル基材を有する本発明の別の有用なテープ製品は、再び閉じることができる郵便封筒、再びシールできるバッグ、接着剤付サイドペーパーとサンドデスク、及びデカルコマニアを含む。更にポスターや写真を一時的に貼付けるような用途のために接着剤被膜を塗布することができるこの新規な接着剤をスプレー缶に入れて市販することができる。

【0017】本発明の接着剤に有用なエラストマー系ブロックコポリマーは、線状ジブロックとトリブロック、ラジアル状、星状及びテーパー状配置を含むブロック構造の共通形状であればよい。有用なエラストマーは、シェルケミカル社(Shell Chemical Co.)の“クラトン”(Kraton)1107及び“Kraton”1111；エニケム(Enichem)USA社の“Enichem”Sol T 190；日本ゼオン社の“クインタック”(Quintac)3421, “Quintac”3430及び“Quintac”3530のようなスチレン/イソプレンのブロックコポリマー、“Kraton”1101及び1102；ファイアーストーンシンセティックラテックスアンドラバー社(Firestone Synthetic Latex and Rubber Co.)の“ステレオン”(Stereon)840A、及び“Enichem”Sol T 1205 and Sol T 161Cのようなスチレン/ブタジエンのブロックコポリマー、そして“Kraton”1657及び1650のようなスチレン/エチレン-ブチレンのブロックコポリマーを含む。

【0018】この新規な接着剤に有用な粘着付与剤レジンは、グッドイヤータイヤアンドラバー社(Goodyear Tire and Rubber Co.)の“ウイングタック”(Wingtack)10, “Wingtack Plus”、及び“Wingtack”95；エクソンケミカル社(Exxon Chemical Co.)の“エスコレッツ”(Es

corez)1310; 及びハーキュラス社(Hercules, Inc.)の“ハーコタック”(Hercotac)RT-95のような4~6個の炭素原子を含む主として不飽和種からなる原料の重合で作る脂肪族炭化水素レジン、ハーキュラス社の“ハーコフレックス”(Hercoflex)400, “Hercoflex”500, “フォラル”(Foral)85, “レガライト”(Regalite)355、及び“パーマリン”(Permalyn)305のようなエステルガム及びロジン酸、エクソンケミカル社の“Escorez”2520のような混合脂肪族/芳香族液状粘着付与剤、そしてアリゾナケミカル社(Arizona Chemical Co.)の“ゾナレッツ”(Zonarez)A-25及び“Zonarez”A-100、及びハーキュラス社の“ピッコライト”(Piccolyte)HM-85, HM-105及びS-115のようなポリテルペン粘着付与剤を含む。更に、エクソンケミカル社のECR-327, “Escorez”5380, “Escorez”5300, “Escorez”5320、及び“Escorez”5340; ハーキュラス社の“リーガルレッツ”(Regalrez)1018, “Regalrez”1065, “Regalrez”1078, “Regalrez”1094 及び“Regalrez”1126; 及びアラカワケミカル社(Arakawa Chemical Co.)の“アルコン”(Arkon)P-90, “Arkon”P-100, “Arkon”M-90、及び“Arkon”M-100を含む水素化粘着付与レジン; ライクホルドケミカル社(Reichhold Chemicals, Inc.)の“ニレッツ”(Nirez)K-85, “Nirez”K-105、及び“Nirez”K-110のような水素化ポリテルペンレジン; そしてエクソンケミカル社のECR-142H及びECR-143Hのような水素化脂肪族及び脂肪族/芳香族レジンからなる一般クラスも有用である。好ましい粘着付与レジンには脂肪族炭化水素レジン、水素化レジン、そしてポリテルペンレジンを含む。特に脂肪族炭化水素レジンが好ましい。

【0019】本発明の接着剤に適する液状可塑剤油はシェルケミカル社の“シェルフレックス”(Shellflex)371のようなナフテン系油、パラフィン系油、芳香族系油、及びウイトコケミカル社(Witco Chemical Corp.)の“カイドール”(Kaydol)油のような鉱油を含む。好ましい液状可塑剤はナフテン系油及び鉱油を含む。

【0020】試験

本発明の接着剤をつけたいくつかのテープに次の1つ以上の試験をおこなった。

【0021】プローブ粘着値

この試験は、ポリプロピレンプローブを備えたポリケン(Polyken)プローブタックテスターを用い、プローブ速度1cm/秒、滞留時間1秒及び荷重100g/cm²とする以外はASTMD-2979に従っておこなう。

【0022】90° 剥離値

この試験はポリエチレン被着体を用いてPSTC-5に従っておこなう、すなわち2kg硬質ゴムローラーを用い30cm/minで各方向1パスにて試験テープを被着体に貼付ける。90°剥離値が2~8N/25mmである接着剤がポストイット(登録商標)メモ用紙のような再剥離接着性シー

エラストマー系ブロック コポリマー

トからなるメモ用紙を作るのに有用である。その理由はこのような接着剤をつけたシートは紙及び別の被着体によく接着する必要がある、一方長期間の後であっても繊維を取ることなく剥離できることが必要である。90°剥離値が0~2N/25mmである場合、包装材料又は非付着性表面へほとんど接着せず保護テープを用いる必要がないので、この接着剤は上述の接着剤対接着剤クロージャーにおいて最も有用である。もっとも、さらに高い剥離値でも保護テープは必要でない。

【0023】180° 剥離値

この試験は、2kg硬質ゴムローラーを用い30cm/minで各方向1パスにて接着テープを種々の被着体に貼付け、そして室温で20分より短い滞留時間の後に試験をおこなうことを除いてASTMD-1000に従う。剥離速度は被着体が紙の場合が30cm/minであり、被着体が金属又はプラスチックの場合が225cm/minである。更に120°F(49℃)で2週間の促進老化の後室温に冷却して試験をおこなう。

【0024】180° 動的剪断値

クロスヘッド速度10インチ(25cm)/分でASTM試験法D3528-76を用いてこの値を測定した。

【0025】T-剥離値

クロスヘッド速度10インチ(25cm)/分でASTM試験法D1876-72を用いてこの値を測定した。

【0026】自己粘着剥離値

2kg硬質ゴムローラーを用い30cm/minで各方向に1パスにて、2枚の同じ接着剤テープの接着剤層の面と面を貼付ける。得られたサンドイッチを30cm/minでASTMD-1876に従ってT形剥離の試験をする。

【0027】剪断接着値

プロクターアンドギャンブル社(Proctor and Gamble)製のLUV(商標)使い捨ておむつの裏地シートとして使われ厚さが約30μmである型押ポリエチレン被着体に対して1インチ(2.54cm)正方の試験テープをその接着剤層で貼付ける。この被着体の剛性を強化するために、このポリエチレン被着体を感じ着テープすなわちスリーエム社(3M Co.)製の剥離テープY-9378に重ね合わせる。この強化テープと反対側の面で、2kg硬質ゴムローラーを用い30cm/minで各方向に1パスにて試験テープをポリエチレン被着体上にロール掛けする。この積層被着体と試験テープを15分間40℃の炉内に垂直に吊るしそして50gの分銅をすばやく試験テープからたらし。40℃でこの分銅が落ちる時間が剪断粘着値である。

【0028】本発明を以下の例によって詳細に説明するが本発明の範囲を限定するものではない。すべての部は重量基準である。例で用いた市販品は以下のものであった:

| | | | |
|----------------|----------------|-----------|------|
| "Finaprene"424 | スチレン/イソブレン | ブロックコポリマー | 215K |
| "Kraton"1101 | スチレン/ブタジエン | ブロックコポリマー | 188K |
| "Kraton"1107 | スチレン/イソブレン | ブロックコポリマー | 215K |
| "Kraton"1111 | スチレン/イソブレン | ブロックコポリマー | 215K |
| "Kraton"1657 | スチレン/エチレン-ブチレン | ブロックコポリマー | 215K |
| "Quintac"3430 | スチレン/イソブレン | ブロックコポリマー | 215K |

固体粘着付与剤レジン

| | | <u>Tg</u> |
|-------------------|--------------------|-----------|
| "Arkton" P-90 | 水素化炭化水素 | 309K |
| "Escorez"1310 | C ₅ 脂肪族 | 314K |
| "Escorez"5300 | 水素化炭化水素 | 323K |
| "Foral"85 | エステルガム | 313K |
| "Piccolyte"EM-105 | スチレン化テルペン | 327K |
| "Regalite"355 | 水素化ロジン酸 | 318K |
| "Regalrez"1094 | 水素化炭化水素 | 310K |
| "Wingtack"95 | C ₅ 脂肪族 | 323K |
| "Wingtack Plus" | C ₅ 脂肪族 | 315K |
| "Zonarez" A-100 | アルファーピネン | 328K |

液状粘着付与剤レジン

| | | <u>Tg</u> |
|----------------|--------------------|-----------|
| ECR-143H | 水素化炭化水素 | 247K |
| "Escorez"2520 | 芳香族/脂肪族 | 253K |
| "Hercoflex"500 | エステルガム | 238K |
| "Wingtack"10 | C ₅ 脂肪族 | 245K |
| "Zonarez" A-25 | アルファーピネン | 251K |
| 液状可塑剤油 | | <u>Tg</u> |
| "Kaydol" オイル | 鉱油 | 199K |
| "Shellflex"371 | ナフテン系油 | 209K |

酸化防止剤

"Irganox"1076 ヒンダードフェノール (チバガイギー社から市販)

"Irganox"1010 ヒンダードフェノール

【0029】(例1~18)表1に示した配合物の成分をトルエンに溶かして18種類の接着剤配合物を調製した。

1部の"Irganox"1076を各接着剤配合物に加えた。各接着剤溶液は溶剤が65wt%であった。この接着剤溶液を厚さ100μmの艶消仕上キャストポリプロピレン基材に塗布してテープサンプルを調製した。60℃で5分間の乾燥後接着剤の塗布量は約3.5mg/cm²であった。例1~18のテープの試験結果を表2に示す。

表1

(例1~9の配合物:部)

| 例 | <u>1</u> | <u>2</u> | <u>3</u> | <u>4</u> | <u>5</u> | <u>6</u> | <u>7</u> | <u>8</u> | <u>9</u> |
|-----------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| "Finaprene"424 | 60 | | | | | | | | |
| "Kraton"1107 | | 75 | 50 | 65 | 40 | 80 | | | |
| "Kraton"1111 | | | | | | | 50 | 45 | 80 |
| "Escorez"2520 | | 23 | 47 | 19 | | | | | |
| "Kaydol"Oil | | | | | | | 31 | 26 | |
| "Shellflex"371 | | | | | 43 | 7 | | | |
| "Zonarez" A-25 | 32 | | | | | | | | 16 |
| "Arkton" P-90 | | 2 | 3 | 16 | | | | | |
| "Escorez"1310 | 8 | | | | | | | | |
| "Escorez"5300 | | | | | | | 19 | 29 | |
| "Wingtack Plus" | | | | | 17 | 13 | | | |
| "Zonarez" A-100 | | | | | | | | | 4 |
| 複合中間ブロックTg (°K) | 235 | 225 | 235 | 235 | 225 | 225 | 225 | 235 | 225 |

表1 (続き)

(例10~18の配合物:部) 例

| | <u>10</u> | <u>11</u> | <u>12</u> | <u>13</u> | <u>14</u> |
|---|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| <u>15</u> <u>16</u> <u>17</u> <u>18</u> | | | | | |
| "Kraton"1101 | | | 20 | 50 | |
| "Kraton"1111 | 50 | 70 | | | |

| | | | | | | | | |
|--------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| "Kraton"1657 | | | | | | | 70 | 40 |
| "Quintac"3430 | | | 75 | 40 | 60 | | | |
| ECR-143H | | | | | | | 29 | 58 |
| "Shellflex"371 | | | | | | 57 | 23 | |
| "Wingtack"10 | | | 20 | 56 | 24 | | | |
| "Zonarez" A-25 | 48 | 16 | | | | | | |
| "Arkon" P-90 | | | | | | | 1 | 2 |
| "Piccolyte" HM-105 | | | | | | 23 | 27 | |
| "Regalrez" 1094 | | | 5 | 4 | 16 | | | |
| "Zonarez" A-100 | | 2 | 14 | | | | | |
| 複合中間ブロックTg (° K) | 235 | 235 | 225 | 235 | 235 | 225 | 225 | 235 |

表 2 例 プローブ粘着 90° 剥離値 剪断接着値 自己接着剥離値

| | (N) | (N/25mm) | (分) | (N/25mm) |
|----|-----|----------|-----|----------|
| 1 | 4.2 | 1.4 | 2 | 2.2 |
| 2 | 0.9 | 0.3 | <1 | 2.1 |
| 3 | 4.5 | 1.1 | 2 | 2.2 |
| 4 | 3.3 | 1.4 | 1 | 1.6 |
| 5 | 3.2 | 0.4 | 3 | 1.6 |
| 6 | 1.6 | 1.0 | 1 | 1.0 |
| 7 | 2.2 | 0.7 | 3 | 0.5 |
| 8 | 6.5 | 2.0 | 26 | 0.9 |
| 9 | 0.9 | 0.3 | 16 | 1.2 |
| 10 | 3.5 | 2.0 | 2 | 0.9 |
| 11 | 3.0 | 1.5 | 25 | 1.6 |
| 12 | 1.1 | 0.4 | 1 | 0.8 |
| 13 | 5.9 | 2.7 | 6 | 2.5 |
| 14 | 3.9 | 1.9 | 11 | 2.7 |
| 15 | 2.9 | 0.2 | <1 | 0.2 |
| 16 | 2.6 | 0.8 | <1 | 0.6 |
| 17 | 0.2 | 0.1 | <1 | 2.3 |
| 18 | 2.9 | 0.4 | 11 | 3.4 |

【0030】(例19~22) 一連の接着剤配合物を表3に示すように調製し、そして老化に対して接着剤を安定化させるために0.5%の“Irganox”1010を含めて各配合物をトルエンに溶かし全固体濃度を25%とした。次いで厚さ25μmの二軸延伸ポリ(エチレンテレフタレート)基材に各配合物を塗布し、そして乾燥して乾燥塗布量約1.0mg/cm²とした。例20~22で用いた星状ブロックコポ

リマー中のブロックは各末端をスチレン鎖でキャッピングしたイソブレン鎖をもつ線状形状であり、米国特許第4,780,367号に開示された手順に従いジビニルベンゼン触媒を用いて16.8%のスチレン及び残りが主としてイソブレンのポリマーを調製した。180°剥離値について例19~22の各試験結果を表4に示す。

表 3

(例19~22の配合物)

| | 19 | 20 | 21 | 22 | 物質 |
|----------------------------|----|------|------|------|-------|
| "Kraton"1107 | | 80 | | | 17 |
| 星状ブロックポリマー (スチレン/イソブレン) | | | 35 | 20 | 25.5 |
| "WingtackPlus" | | 17.4 | 0.3 | 1.7 | 0.3 |
| "Wingtack"10 | | 2.6 | 64.7 | 78.3 | 57.2 |
| CMTg | | 230 | 235 | 240 | 232.5 |

表 4

(180° 剥離値 : N/25mm)

| 被着体 | 19 | 20 | 21 | 22 |
|--------|-----|-----|-----|-----|
| 紙 | 1.7 | 3.2 | 5.0 | 2.4 |
| 老化後 | 4.1 | 8.9 | 6.6 | 7.0 |
| ステンレス鋼 | 16 | 11 | 25 | 17 |
| 老化後 | 31 | 25 | 35 | 28 |
| BOPP | 19 | 13 | 24 | 20 |
| 老化後 | 18 | 19 | 26 | 20 |
| PET | 28 | 18 | 23 | 22 |
| 老化後 | 28 | 29 | 35 | 27 |

注) 紙; 通常接着コピー用紙

BOPP; 二軸延伸ポリプロピレン

PET; 二軸延伸ポリ(エチレンテレフタレート)

【0031】表4のデータは、例19~22の各接着剤が紙及び他の被着体に対する粘着力が低く且つ49℃で2週間の促進老化後において粘着力増大が少ないことを示している。このことは例19~22の接着剤がたとえ代替接着剤の好ましい例ではなくとも、いずれも再剥離接着性メモ用紙における上記シルバーにより米国特許第 3,691,140号に記述されている接着剤の適当な代替品となりうることを立証している。

【0032】(例23) 70部の“Kraton”1657及び30部の

比較例

先行技術接着剤

F

米国特許第 3,954,692号(例3、サンプル10)

G

米国特許第 3,932,328号(例4)

表5

(成分:部) 比較例

G

| | | A | B | C | D | E | F |
|----------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| “Finaprene”424 | 40 | | | | | | |
| “Kraton”1107 | | 50 | | | 100 | 100 | |
| “Quintac”3430 | | 40 | 30 | 40 | | | |
| “Wingtack”10 | | | 26 | 11 | | 40 | |
| “Zonarez”A-25 | 22 | | | | | | |
| “Kaydol”Oil | | 6 | | | 20 | | |
| “Shellflex”371 | | 8 | | | | | |
| “Wingtack”95 | | | | | 100 | 100 | |
| “Escorez”1310 | 38 | | | | | | |
| “Regalite”355 | | 54 | | | | | |
| “Regalrez”1094 | | | 44 | 49 | | | |
| “WingtackPlus” | | 42 | | | | | |
| 複合中間ブロックTg(°K) | 258 | 250 | 262 | 260 | 260 | 254 | 254 |

【0034】比較例A~Gの試験結果を表6に示す。

| | 表6例 | プローブ粘着 | 90° 剥離値 | 剪断接着値 | 自己接着剥離値 |
|---|-----|----------|---------|----------|---------|
| | (N) | (g/25mm) | (分) | (N/25mm) | |
| A | 13 | 7.3 | >1000 | 15 | |
| B | 10 | 4.6 | >1000 | 12 | |
| C | 10 | 13.6 | >1000 | 12 | |
| D | 9 | 9.3 | >1000 | 18 | |
| E | 12 | 8.0 | >1000 | 17 | |
| F | 11 | 4.9 | >1000 | 18 | |

“Res”D-2084の50%トルエン溶液を厚さ12.5μmの二軸延伸ポリ(エチレンテレフタレート)に手で塗布した。乾塗布量は約24g/m²であった。この接着剤の測定値は以下のものであった:

CMTg= 238° K

180° 自己動的剪断値= 588N/cm²

T形剥離値=6.5N/25mm

【0033】(比較例A~G)表5に示す接着剤配合物を用いることを除いて、一連のテープを例1~18のテープと同じ方法で作った。いくつかの接着剤配合物は以下のように先行技術に示されているものであった:

G 10 7.8
表 2、6 に示すように、比較例 A～G は例 1～18 より実
質的に大きな粘着、剥離、剪断及び自己接着値を示し、

>1000 16
そして従来のエラストマー系ブロックコポリマーをベー
スとする感圧接着剤の代表である。

フロントページの続き

(56) 参考文献 特開 昭63-254178 (J P, A)

(58) 調査した分野(Int. Cl.⁶, D B 名)
C09J 7/00 - 7/04
C09J 153/00